

# 5种不同种植密度蕪艾中桉油精的含量比较

朱祥松<sup>1\*</sup>, 王伟华<sup>2</sup>(1.鄂州市食品药品监督管理局, 湖北 鄂州 436000; 2.湖北李时珍医药集团有限公司, 湖北蕪春 435300)

中图分类号 R927.2 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2015)24-3434-03

DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2015.24.42

**摘要** 目的:比较5种不同种植密度蕪艾中桉油精的含量。方法:采用气相色谱法。色谱柱为HP-5毛细管色谱柱,以环己酮为内标,载气为氮气,流速为0.6 ml/min,进样口温度240 ℃,检测器温度250 ℃,分流比为10:1,进样量为1 μl。结果:桉油精质量浓度在0.420 4~1.261 2 mg/ml范围内与峰面积呈良好的线性关系( $r=0.999\ 9$ );精密性、稳定性、重复性试验的RSD≤0.92%;平均加样回收率为99.6%,RSD为1.4%( $n=6$ )。结论:该方法操作简便、快速,结果准确、可靠,重复性良好,可用于蕪艾中桉油精含量的测定。建议蕪艾最佳种植密度为行距30 cm×40 cm。

**关键词** 种植密度;蕪艾;桉油精;含量;气相色谱法

## Comparison of Content of Eucalyptol in *Artemisia argyi* of 5 Different Planting Densities

ZHU Xiang-song<sup>1</sup>, WANG Wei-hua<sup>2</sup>(1.Ezhou Institute for Food and Drug Control, Hubei Ezhou 436000, China; 2.Hubei LI Shizhen Pharmaceutical Group Co., Ltd., Hubei Qichun 435300, China)

**ABSTRACT** OBJECTIVE: To compare the contents of eucalyptol in *Artemisia argyi* of 5 different planting densities. METHODS: Gas chromatography method was performed on the column of HP-5 capillary column, and cyclohexanone was selected as internal standard, the carrier gas was nitrogen at a flow rate of 0.6 ml/min, the volume temperature was 240 ℃, the detector temperature was 250 ℃, the split ratio was 10:1, and the injection volume was 1 μl. RESULTS: The linear range of eucalyptol was 0.420 4-1.261 2 mg/ml( $r=0.999\ 9$ ); RSDs of precision, stability and reproducibility tests were no more than 0.92%; average recovery was 99.6% (RSD=1.4%,  $n=6$ ). CONCLUSIONS: The method is simple, rapid, accurate, reliable and reproducible, and can be used for the content determination of eucalyptol in *A. argyi*. The optimal planting density of *A. argyi* was spaced 30 cm×40 cm.

**KEYWORDS** Planting densities; *Artemisia argyi*; Eucalyptol; Content; Gas chromatography

艾叶为菊科植物艾 *Artemisia argyi* Levl.et Vant.的干燥叶,具有温经止血、散寒止痛、外用祛湿止痒的功能<sup>[1]</sup>。艾在我国各地均有分布。《本草纲目》中记载,艾叶本草“自成化以来则以蕪州者为胜,用充方物,天下重之,谓之蕪艾。”现代研究证明,蕪艾与普通艾叶相比,在挥发油、鞣酸、燃烧热值与醇溶性浸出物、微量元素含量方面均有明显优势<sup>[2]</sup>,彰显了蕪艾药材的道地性。挥发油为艾叶的重要化学成分,具有止咳、平喘、祛痰、消炎作用<sup>[3]</sup>。桉油精是蕪艾挥发油中含量较高的成分。因此,笔者以桉油精含量为指标,利用气相色谱(GC)法考察了蕪春县拟建蕪艾良好农业规范(Good Agricultural Practice,简称GAP)基地中不同种植密度对蕪艾桉油精含量的影响,以为规范蕪艾种植,保证蕪艾药材质量的稳定、可控提供参考。

## 1 材料

6890N型GC仪,包括氢火焰离子化检测器(美国Agilent公司);SGD-300型氮氢空发生器(北京东方精华苑科技有限公司);BS210S型电子天平(北京赛多利斯天平有限公司)。

桉油精对照品(中国食品药品检定研究院,批号:110788-201004);5种不同种植密度的蕪艾15批(在同一GAP试验基地,以分株繁殖方式分别按行距10 cm×20 cm、20 cm×30 cm、30 cm×40 cm、40 cm×50 cm、50 cm×60 cm种植五块试验区,进行相同的栽培管理,于2013年6月12日端午节中午,每一块试验区均匀采样,阴干密封保存),经鄂州市食品药品监督管理局

肖文芳主任中药师鉴定为菊科植物艾 *A. argyi* Levl.et Vant.的干燥叶;正己烷为色谱纯,环己酮为分析纯。

## 2 方法与结果

### 2.1 色谱条件

色谱柱:HP-5毛细管柱(30 m×0.32 mm,0.25 μm);起始温度:50 ℃,以4 ℃/min升至75 ℃,保持15 min,以10 ℃/min升至220 ℃,保持3 min;进样口温度:240 ℃;检测器温度:250 ℃;载气:氮气;流速:0.6 ml/min;分流比:10:1;进样量:1 μl。

### 2.2 溶液的制备

2.2.1 内标溶液 称取环己酮适量,加正己烷制成每1 ml含2.84 mg的溶液,作为内标溶液。

2.2.2 对照品溶液 称取桉油精对照品适量,加正己烷溶解制成质量浓度为2.102 mg/ml的对照品贮备液;精密量取对照品贮备液2 ml及内标溶液1 ml,置于5 ml量瓶中,加正己烷稀释至刻度,摇匀,即得。

2.2.3 供试品溶液 将艾叶剪碎,精密称取5 g,按2010年版《中国药典》(一部)附录XD挥发油测定法连接装置,精密吸取正己烷2 ml,置于挥发油提取管中,加热回流4 h,放冷,分取正己烷提取液置10 ml量瓶中,精密加入内标溶液2 ml,加正己烷稀释至刻度,摇匀,即得。

2.2.4 阴性样品溶液 精密量取内标溶液1 ml,置于5 ml量瓶中,加正己烷稀释至刻度,摇匀,即得。

\* 主管药师。研究方向:药物分析。电话:0711-3863027

### 2.3 系统适应性试验

精密吸取“2.2”项下对照品溶液、供试品溶液、阴性样品溶液各1 μl,注入GC仪中,按“2.1”项下色谱条件测定。结果,供试品溶液在与对照品溶液相同保留时间处有相应吸收峰,桉油精及内标物峰分离度>1.5,阴性样品无干扰;理论板数按桉油精峰计>3 000。色谱见图1。

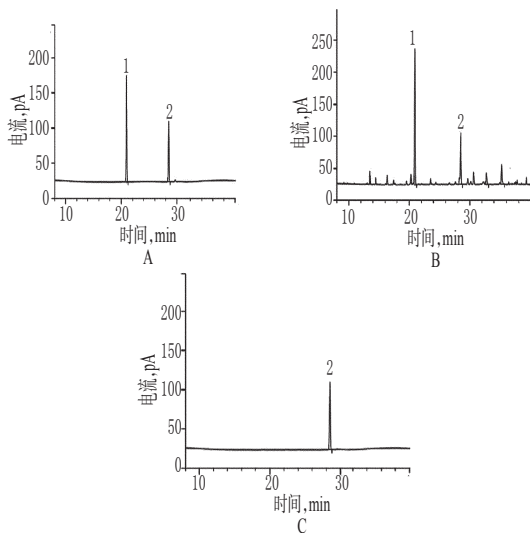


图1 气相色谱图

A.对照品;B.供试品;C. 阴性样品;1.桉油精;2.环己酮

Fig 1 GC chromatograms

A.reference substance;B.test sample;C.negative sample;1.eucalyptol; 2. cyclohexanone

### 2.4 线性关系考察

分别量取对照品贮备液1.0、1.5、2.0、2.5、3.0 ml,置于5 ml量瓶中,分别精密加入内标溶液1.0 ml,加正己烷稀释至刻度,摇匀,制成不同浓度的对照品溶液,按“2.1”项下色谱条件分别进样1 μl,记录峰面积。以对照品质量浓度(x, mg/ml)为横坐标、对照品与内标物的峰面积比值(y)为纵坐标进行回归分析,得回归方程为 $y=3.972 5x+0.012 1$ ( $r=0.999 9$ )。结果表明,桉油精质量浓度在0.420 4~1.261 2 mg/ml范围内与峰面积呈良好的线性关系。

### 2.5 精密度试验

取对照品溶液适量,连续重复进样6次,每次1 μl,计算对照品与内标物的峰面积比值。结果,RSD为0.07%( $n=6$ ),表明仪器精密度良好。

### 2.6 稳定性试验

取同一供试品(种植密度为30 cm×40 cm)溶液适量,室温放置,分别于放置0、2、4、6、8、12、24 h时进样1 μl,依“2.1”项下方法测定,计算桉油精与内标物的峰面积比值。结果,RSD为0.55%( $n=7$ ),表明供试品溶液在室温下24 h内稳定性良好。

### 2.7 重复性试验

取种植密度为30 cm×40 cm的蕪艾样品6份,按“2.2.3”项下方法制备成供试品溶液,依“2.1”项下方法测定,计算桉油精与内标物的峰面积比值。结果,RSD为0.92%( $n=6$ ),表明该方法重复性良好。

### 2.8 加样回收率试验

精密称取种植密度为30 cm×40 cm的蕪艾样品6份,每份约2.5 g,分别精密加入“2.2.2”项下对照品贮备液2 ml,按

“2.2.3”项下方法制备供试品溶液,分别吸取供试品溶液和对照品溶液1 μl,依“2.1”项下方法测定桉油精含量,计算加样回收率,结果详见表1。

表1 加样回收率试验结果( $n=6$ )

Tab 1 Result of recovery tests( $n=6$ )

称样量, g	样品含量, mg	加入量, mg	测得量, mg	加样回收率, %	平均加样回收率, %	RSD, %
2.498 9	4.523 0	4.204	8.760 3	100.8		
2.501 4	4.527 5	4.204	8.638 2	97.8		
2.511 3	4.545 5	4.204	8.670 6	98.1		
2.499 1	4.523 4	4.204	8.739 1	100.3	99.6	1.4
2.523 7	4.567 9	4.204	8.757 3	99.7		
2.515 8	4.553 6	4.204	8.809 5	101.2		

### 2.9 样品含量测定

取不同种植密度的蕪艾样品各适量,平行3份,按“2.2.3”项下方法制备供试品溶液,依“2.1”项下方法测定,计算每种种植密度蕪艾的桉油精平均含量,结果详见表2。

表2 不同种植密度蕪艾中桉油精含量的测定结果

Tab 2 Result of content determination of eucalyptol in *A. argyi* of different planting densities

样品编号	种植密度	桉油精含量, mg/g	平均含量, mg/g
1	10 cm×20 cm	1.55	1.56
2	10 cm×20 cm	1.56	
3	10 cm×20 cm	1.56	
4	20 cm×30 cm	1.65	1.68
5	20 cm×30 cm	1.69	
6	20 cm×30 cm	1.70	
7	30 cm×40 cm	1.83	1.81
8	30 cm×40 cm	1.79	
9	30 cm×40 cm	1.81	
10	40 cm×50 cm	1.81	1.81
11	40 cm×50 cm	1.78	
12	40 cm×50 cm	1.83	
13	50 cm×60 cm	1.80	1.79
14	50 cm×60 cm	1.77	
15	50 cm×60 cm	1.79	

### 3 讨论

艾叶药理作用及应用较广泛<sup>[4-5]</sup>,而艾蒿的近缘种较多,药材来源复杂,被作为艾叶使用的混伪品较多<sup>[6]</sup>。蕪艾为艾叶的优质地道药材,其整体质量稳定<sup>[7]</sup>。目前,关于不同产地、不同采集期、不同年份等影响因素下艾叶化学成分的比较分析有文献报道<sup>[8-9]</sup>,而尚未见对于蕪艾GAP基地中种植密度对蕪艾桉油精含量影响的报道。故本文通过考查不同种植密度下蕪艾中桉油精的含量变化,旨在为规范种植优质蕪艾药材提供参考。

#### 3.1 样品制备方法的选择

蕪艾中挥发油含量在端午节前后若干天达到最高峰<sup>[11]</sup>,因此该试验选择采样时间为端午节。本研究采用2010年版《中国药典》(一部)附录<sup>[1]</sup>中挥发油测定法中装置提取蕪艾挥发油,比较了1、2、3、4、5、6 h的提取效果,结果4 h即可提取完全,故选择提取时间为4 h。蕪艾挥发油中成分复杂,色谱峰多不易分离,本文采用了程序升温的方法,在此色谱条件下分离效果可满足系统适用性要求。

#### 3.2 最佳种植密度的选择

本文的试验结果表明,在蕪春拟建蕪艾GAP基地中,相同的栽培管理措施下,蕪艾种植密度在行距30 cm×40 cm以上

# HPLC法测定甲基丙烯酸-丙烯酸乙酯共聚物中有关物质的含量

王冬<sup>1\*</sup>,周健鹏<sup>2</sup>,王晨<sup>1#</sup>(1.国家肿瘤临床医学研究中心/天津市肿瘤防治重点实验室/天津医科大学肿瘤医院药学部,天津 300060;2.天津市药品检验所,天津 300070)

中图分类号 R917 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2015)24-3436-03

DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2015.24.43

**摘要** 目的:建立测定甲基丙烯酸-丙烯酸乙酯共聚物中有关物质含量的方法。方法:采用高效液相色谱法。色谱柱为Agilent C<sub>18</sub>,流动相为甲醇-磷酸盐缓冲液(30:70, V/V),流速为1.0 ml/min,检测波长为202 nm,柱温为20 ℃,进样量为20 μl。结果:甲基丙烯酸和丙烯酸乙酯质量分数在0.001%~0.015%范围内均与其峰面积呈良好的线性关系( $r=0.999\ 4, 0.999\ 1$ );精密度、稳定性和重复性试验的RSD均 $<2\%$ ;甲基丙烯酸平均加样回收率为86.59%,RSD为2.3%( $n=9$ ),丙烯酸乙酯平均加样回收率为91.24%,RSD为3.5%( $n=9$ )。结论:该方法简单、准确、重复性好,可用于甲基丙烯酸-丙烯酸乙酯共聚物中有关物质的含量测定。**关键词** 甲基丙烯酸-丙烯酸乙酯共聚物;有关物质;高效液相色谱法;含量

## Determination of Related Substances in Methylacrylic Acid - Ethyl Acrylate Copolymer by HPLC

WANG Dong<sup>1</sup>, ZHOU Jian-peng<sup>2</sup>, WANG Chen<sup>1</sup>(1.National Clinical Research Center for Cancer/Tianjin Key Laboratory of Cancer Prevention and Therapy/Dept. of Pharmacy, Tianjin Medical University Cancer Hospital, Tianjin 300060, China; 2.Tianjin Institute for Drug Control, Tianjin 300070, China)

**ABSTRACT** OBJECTIVE: To establish a method for the determination of related substances in methylacrylic acid - ethyl acrylate copolymer. METHODS: HPLC was performed on the column of Agilent C<sub>18</sub> with mobile phase of methanol-phosphate buffer (70:30, V/V) at the flow rate of 1.0 ml/min, the detection wavelength was 202 nm, column temperature was 20 ℃, and the sample size was 20 μl. RESULTS: The linear range was 0.001%-0.015% for both methylacrylic acid ( $r=0.999\ 4$ ) and ethyl acrylate ( $r=0.999\ 1$ ); RSDs of precision, stability and reproducibility tests were lower than 2%; the average recoveries of methylacrylic acid and ethyl acrylate were respectively 86.59% (RSD=2.3%,  $n=9$ ) and 91.24% (RSD=3.5%,  $n=9$ ). CONCLUSIONS: The method is simple, accurate and reproducible, and can be used for the contents determination of related substances in methyl acrylic acid-ethyl acrylate copolymer.

**KEYWORDS** Methyl acrylic acid-ethyl acrylate copolymer; Related substances; HPLC; Content

时,桉油精的含量最高;分析其原因,可能与行距过小影响植株光合作用及生长环境的养分吸收有关<sup>[10]</sup>。考虑到种植基地单位面积蕲艾产量的因素,笔者建议蕲艾最佳种植密度为行距30 cm×40 cm。

综上所述,本方法操作简便、快速,结果准确、可靠,重复性良好,可用于蕲艾中桉油精含量的测定。通过考查不同种植密度下蕲艾中桉油精的含量变化,可为规范种植优质蕲艾药材提供参考。

### 参考文献

- [1] 国家药典委员会.中华人民共和国药典:一部[S]. 2010年版.北京:中国医药科技出版社,2010:82-83,附录63.
- [2] 刘巍,刘萍,刘薇芝,等.蕲艾的研究概况[J].中国药师,2011,14(10):1 531.
- [3] 李冬梅,张新春,尹晓飞.β-环糊精包合艾叶挥发油的研究[J].中国医院药学杂志,2005,25(6):519.
- [4] 白静,胡雷,张丽,等.艾叶发酵物治疗系统性白色念珠菌

感染[J].医药导报,2014,33(11):1 438.

- [5] 熊振芳,邢彩珍,胡慧,等.蕲艾提取液对免疫性肝纤维化大鼠细胞增殖和凋亡的影响[J].时珍国医国药,2014,25(7):1 609.
- [6] 李恩波,孙稚颖.艾叶及其常见混伪品的分子鉴定[J].中国药房,2013,24(43):4 037.
- [7] 卢化,张义生,黎强,等.蕲艾的HPLC指纹图谱研究[J].中国药房,2015,26(9):1 255.
- [8] 梁欢,卢金清,戴艺,等.HS-SPME-GC-MS结合化学计量法对不同产地艾叶药材挥发性成分的比较分析[J].中国实验方剂学杂志,2014,20(18):85.
- [9] 靳然,于密密,赵百孝,等.不同年份蕲艾叶及不同比例艾绒化学成分研究[J].中国针灸,2010,30(5):389.
- [10] 郭兰萍,张燕,朱寿东,等.中药材规范化生产(GAP)10年:成果、问题与建议[J].中国中药杂志,2014,39(7):1 143.

\* 主管药师,硕士。研究方向:药物分析。电话:022-23340123-5104。E-mail:lvn1314@126.com

# 通信作者:主任药师。研究方向:医院药学。电话:022-23340123-5104。E-mail:jjeyi789@126.com

(收稿日期:2015-02-09 修回日期:2015-06-17)

(编辑:余庆华)